PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

07-097720

(43)Date of publication of application: 11.04.1995

(51)Int.Cl.

DO1F 8/14

D01D 5/36 D01F 6/60

(21)Application number: 05-236721

(71)Applicant: TETRA INTERNATL KK

(22)Date of filing:

22.09.1993

(72)Inventor: INADA SHUJI

NOGUCHI KENTARO

(54) INCORPORATED FIBER AND ITS PRODUCTION

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain an incorporated fiber useful for producing ultra-fine fiber and porous fiber, by making a polyester and a polyamide form a clear sea-island structure, comprising one of the polyester inactive to amide-ester exchange reaction and the aliphatic polyamide as an island component and the other as a sea component.

CONSTITUTION: An island component having 0.2–0.8µm2 section area and 2,000–4,000µm3 volume is formed from one of (A) a polyester inactive to amide– ester exchange reaction and (B) an aliphatic amide and a sea component is composed of the other. The component A is mixed with an inactivating agent (n-octadecyl phosphite, triphenyl phosphite or triphenyl phosphate) to inactivate the residual catalyst in the polyester. A modified polyamide obtained by substituting an amino group at the nd of a polyamide with any of groups formula I to formula III (R is H, 1–30C aliphatic, alicyclic or aromatic residue) is preferable as the polyamide of the component B. A block copolymer will not be formed between the component A and the component B in the fiber.

$$C_{CO}$$
N- π

(19)日本国特許庁 (JP) (12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平7-97720

(43)公開日 平成7年(1995)4月11日

(51) Int.Cl. ⁶		識別記号	庁内整理番号	FΙ	技術表示箇所
D01F	8/14	C	7199-3B		
D01D	5/36		7199-3B		
D01F	6/60	3 3 1	7199-3B		

審査請求 未請求 請求項の数6 OL (全 9 頁)

(21)出願番号	特顧平5-236721	(71)出願人 592177719
		テトラインターナショナル株式会社
(22)出願日	平成5年(1993)9月22日	大阪府大阪市北区天神橋 5 丁目 7 番10号
		(72)発明者 稲田 修司
		兵庫県西宮市松並町1番3-302号
		(72)発明者 野口 健太郎
		埼玉県草加市神明2丁目4番18号
		(74)代理人 弁理士 西藤 征彦

(54) 【発明の名称】 混合紡糸繊維およびその製法

(57)【要約】

【目的】 ポリエステルとポリアミドが鮮明な海島構造 を形成してなる混合紡糸繊維およびその製法を提供す

【構成】 下記の(A)成分および(B)成分のいずれ か一方が断面積0.2~0.8平方ミクロンでその体積 が2000~4000立方ミクロンの島成分を形成 し、いずれか他方が海成分を形成してなる海島構造の混 合紡糸繊維であって、上記(A)成分と(B)成分との 間にブロックポリマーが生成されていない。(A) ア ミドーエステル交換反応に不活性なポリエステル。

(B) 脂肪族ポリアミド。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記の(A)成分および(B)成分のいずれか一方が断面積0.2~0.8平方ミクロンでその体積が2000~40000立方ミクロンの島成分を形成し、いずれか他方が海成分を形成してなる海島構造の混合紡糸繊維であって、上記(A)成分と(B)成分との間にブロックポリマーが生成されていないことを特徴とする混合紡糸繊維。

* (A) アミドーエステル交換反応に不活性なポリエス テル。

(B) 脂肪族ポリアミド。

【請求項2】 上記(B)成分である脂肪族ポリアミドの末端アミノ基が、下記の3種類の置換基のいずれかによって置換され、アミド化反応に不活性となっている請求項1記載の混合紡糸繊維。

(化1)

$$-\frac{1}{C}-CO > N- , CO > N- , RCONH-$$

 ここで、Rは水素原子または炭素数1~30の脂肪族, 脂環族, 芳香族の残基、 SO, M(Mはアルカリ金属原子)、 R, トーロー OCH CH) OR2 (R, は水素原子)
子またはメチル基、R, は炭素数1~30の脂肪族, 脂環族の

残基、nは1~500の整数)を表す。

【請求項3】 二軸押出機において、上流側と下流側の2個所に原料供給口を散け、上記上流側の原料供給口に、残留触媒を含んだポリエステルを、上記残留触媒を完全に不活性化しうる量の不活性化剤とともに供給し、上記下流側の原料供給口に脂肪族ポリアミドを供給し、上記ポリエステルの残留触媒を不活性化しポリエステルがアミドーエステル交換反応に不活性となるよう変性しながら、ポリエステルと脂肪族ポリアミドとを溶融混合し、両者のいずれか一方が体積2000~4000立方ミクロンの島成分を形成し、いずれか他方が海成分を形成してなる海島構造の溶融体組成物とし、ついで混合紡糸繊維とすることを特徴とする混合紡糸繊維の製法。

【請求項4】 下流側の原料供給口に脂肪族ポリアミドを供給する際に、上記脂肪族ポリアミドとともに、脂肪族ポリアミドの末端アミノ基を完全に置換して不活性化しうる量の化学置換剤を供給し、上記脂肪族ポリアミド 40 の末端アミノ基を置換しアミド化反応に不活性となるよう変性するようにした請求項3記載の混合紡糸繊維の製法。

【請求項5】 二軸押出機において、上流側と下流側の2個所に原料供給口を設け、上配上流側の原料供給口に脂肪族ポリアミドを、上配脂肪族ポリアミドの末端アミノ基を完全に置換して不活性化しうる量の化学置換剤とともに供給し、下流側の原料供給口に、残留触媒を含んだポリエステルを、上記残留触媒を完全に不活性化しうる量の不活性化剤とともに供給し、上記脂肪族ポリアミ 50

ドの末端アミノ基を置換しアミド化反応に不活性となるよう変性するとともに上記ポリエステルの残留触媒を不活性化しポリエステルがアミドーエステル交換反応に不活性となるよう変性しながら、ポリエステルと脂肪族ポリアミドとを溶融混合し、両者のいずれか一方が体積2000~4000立方ミクロンの島成分を形成し、いずれか他方が海成分を形成してなる海島構造の溶融体組成物とし、ついで混合紡糸繊維とすることを特徴とする混合紡糸繊維の製法。

【請求項6】 一軸押出機において、原料供給口に、残留触媒を含んだポリエステルと、上記ポリエステルの残留触媒を不活性化しうる量の不活性化剤と、脂肪族ポリアミドと、上記脂肪族ポリアミドの末端アミノ基を完全に置換して不活性化しうる量の化学置換剤とを供給し、上記ポリエステルの残留触媒を不活性化しポリエステルがアミドーエステル交換反応に不活性となるよう変性するとともに上記脂肪族ポリアミドの末端アミノ基を置換しアミド化反応に不活性化となるよう変性しながら、ポリエステルと脂肪族ポリアミドとを溶融混合し、両者のいずれか一方が体積2000~40000立方ミクロンの島成分を形成し、いずれか他方が海成分を形成してなる海島構造の溶融体組成物とし、ついで混合紡糸繊維とすることを特徴とする混合紡糸繊維の製法。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【産業上の利用分野】本発明は、ポリエステルと脂肪族

ポリアミドとが海島構造を形成してなる混合紡糸繊維お よびその製法に関するものである。

[0002]

【従来の技術】従来から、混合紡糸繊維は、繊維の静電特性や染色性等の改質に利用されている。また、混合紡糸繊維を構成する複数成分のうちのいずれかを除去することにより極細繊維や多孔質繊維がつくられ、これらは人工皮革基布素材等、各種の用途に用いられている。このような混合紡糸繊維は、通常、2成分以上のポリマーをチップ状で押出機に供給して混合紡糸繊維を得るチッ 10プブレンド法、多芯芯鞘法、多層状混合紡糸繊維の構造は、分散した一方のポリマー(島)が他のポリマー(海)に囲まれた海島構造となる。そして、上記混合紡糸繊維の海成分を抽出除去すれば極細繊維が得られ、島成分を除去すれば多孔質繊維が得られる。

【0003】上記混合紡糸繊維の海成分もしくは島成分を除去して極細繊維や多孔質繊維をつくる場合、通常、有機溶剤によるポリマーの抽出除去が行われるが、この方法は、設備費、工程費が高くつく上、保安衛生および 20 環境対策等にも多額の費用を必要とするため、混合紡糸繊維からポリマー成分を除去する際に、溶剤抽出を行わない技術の開発が望まれている。

[0004]

【発明が解決しようとする課題】これに対し、従来から 繊維素材として汎用されているポリエステルが、アルカ リ齢化によって除去できる特性を有していることから、 上記ポリエステルを混合紡糸繊維の一成分として用いる ことが検討されている。しかしながら、上記ポリエステ ルとポリアミドとを組み合わせた混合紡糸繊維を得よう 30 とすると、米国特許3,849,514に開示されてい るように、通常のポリエステルとポリアミドとの組み合 わせでは、両者を溶融混合する際に、その初期過程でポ リエステルとポリアミドのプロックポリマーが生成し、 その後、ポリエステルとポリアミドのランダム共重合体 が生成することがわかっている。このように、プロック ポリマーやランダム共重合体が生成すると、ポリエステ ルとポリアミドの2成分が、混合紡糸繊維に適合した鮮 明な海島構造に分散しない。したがって、ポリエステル とポリアミドからなる混合紡糸繊維を得ることは困難で 40 あり、その解決が強く望まれている。

【0005】本発明は、このような事情に鑑みなされたもので、ポリエステルとポリアミドが鮮明な海島構造を 形成してなる混合紡糸繊維およびその製法の提供をその 目的とする。

[0006]

【課題を解決するための手段】上記の目的を達成するため、本発明は、下記の(A)成分および(B)成分のいずれか一方が断面積0.2~0.8平方ミクロンでその体積が2000~40000立方ミクロンの島成分を形 50

成し、いずれか他方が海成分を形成してなる海島構造の 混合紡糸繊維であって、上記(A)成分と(B)成分と の間にブロックポリマーが生成されていない混合紡糸繊 維を第1の要旨とする。

(A) アミドーエステル交換反応に不活性なポリエス テル。

(B) 脂肪族ポリアミド。

【0007】また、二軸押出機において、上流側と下流 側の2個所に原料供給口を設け、上記上流側の原料供給 口に、残留触媒を含んだポリエステルを、上記残留触媒 を完全に不活性化しうる量の不活性化剤とともに供給 し、上記下流側の原料供給口に脂肪族ポリアミドを供給 し、上記ポリエステルの残留触媒を不活性化しポリエス テルがアミドーエステル交換反応に不活性となるよう変 性しながら、ポリエステルと脂肪族ポリアミドとを溶融 混合し、両者のいずれか一方が体積2000~4000 0 立方ミクロンの島成分を形成し、いずれか他方が海成 分を形成してなる海島構造の溶融体組成物とし、ついで 混合紡糸繊維とする混合紡糸繊維の製法を第2の要旨と し、同じく二軸押出機において、上流側と下流側の2個 所に原料供給口を設け、上記上流側の原料供給口に脂肪 族ポリアミドを、上記脂肪族ポリアミドの末端アミノ基 を完全に置換して不活性化しうる量の化学置換剤ととも に供給し、下流側の原料供給口に、残留触媒を含んだポ リエステルを、上記残留触媒を完全に不活性化しうる量 の不活性化剤とともに供給し、上記脂肪族ポリアミドの 末端アミノ基を置換しアミド化反応に不活性となるよう 変性するとともに上記ポリエステルの残留触媒を不活性 化しポリエステルがアミドーエステル交換反応に不活性 となるよう変性しながら、ポリエステルと脂肪族ポリア ミドとを溶融混合し、両者のいずれか一方が体積200 0~4000立方ミクロンの島成分を形成し、いずれ か他方が海成分を形成してなる海島構造の溶融体組成物 とし、ついで混合紡糸繊維とする混合紡糸繊維の製法を 第3の要旨とする。

【0008】さらに、一軸押出機において、原料供給口に、残留触媒を含んだポリエステルと、上記ポリエステルの残留触媒を不活性化しうる量の不活性化剤と、脂肪族ポリアミドと、上記脂肪族ポリアミドの末端アミノ基を完全に置換して不活性化しつる量の不活性化剤とを供給し、上記ポリエステルの残留触媒を不活性化しポリエステルがアミドーエステル交換反応に不活性となるよう変性するとともに上記脂肪族ポリアミドの末端アミノ基を置換しアミド化反応に不活性となるよう変性しながら、ポリエステルと脂肪族ポリアミドとを溶融混合し、両者のいずれか一方が体積2000~40000立方ミクロンの島成分を形成し、いずれか他方が海成分を形成してなる海島構造の溶融体組成物とし、ついで混合紡糸繊維の製法を第4の要旨とする。

[0009]

【作用】すなわち、本発明者らは、ポリエステルとポリ アミドの間に、プロックポリマーやランダム共重合体を 生成させずに両者を混合溶融紡糸する方法について一連 の研究を行った。そして、その過程で、ポリエステルと ポリアミドのプロックポリマーやランダム共重合体は、 ポリエステルのエステル結合とポリアミドのアミド結合 の間において、ポリエステル製造工程で添加されそのま まポリエステル中に残留する触媒の存在によってアミド -エステル交換反応が促進されて生成することが判明し と考えられるポリエステルの残留触媒(三酸化アンチモ ン、アンチモングリコラート等のアンチモン化合物、水 酸化ゲルマニウム、ゲルマニウムグリコラート、非晶質 二酸化ゲルマニウム等のゲルマニウム化合物、テトライ ソプロピルチタネート、テトラプチルチタネート等のチ タン化合物等)を、米国特許3,483,154、仏特 許2, 343, 778に開示されているような、水、A s₂ O₃ , A₅₂ O₅ あるいはリン化合物等の添加剤に よって不活性化し、アミドーエステル交換反応に不活性 なポリエステルにした上で、ポリアミドと混合溶融紡糸 20 すれば、プロックポリマー等を生じることなく目的とす る混合紡糸繊維を得ることができるのではないかと想起 してさらに研究を続けた結果、本発明に到達した。

【0010】つぎに、本発明を詳細に説明する。

【0011】まず、本発明に用いるポリエステルとして は、繊維用に生産されているポリエチレンテレフタレー トを主とするポリエステルが好適である。上記ポリエス* *テルは、溶融紡糸が可能で、アルカリ鹸化により容易に 除去することができる。なお、上記ポリエステルには、 前述のように、ポリエステル製造時に、各種の重合触媒 が添加されており、それが何らかの形態でポリエステル 中に残留している。

【0012】また、上記ポリエステル中の残留触媒を不 括性化するために用いる不活性化剤としては、例えばn -オクタデシルホスファイト, トリフェニルホスファイ ト、トリフェニルフォスフェート、イルガノックス 1 た。そこで、上記アミドーエステル交換反応の触媒要因 10 093 (日本チバガイギー社製), サンドスタープPー EPR (サンド社製), As₂ O₃, As₂ O₅ 等があ げられる。

> 【0013】一方、上記ポリエステルとともに用いるポ リアミドとしては、繊維用に生産されているポリカプロ ラクタムやポリヘキサメチレンアジポアミド等の脂肪族 ポリアミドとその共重合体である。なお、上記ポリアミ ドの末端のアミノ基が、ポリエステル末端のヒドロキシ アルキルエステル基、あるいはカルポキシル基との間で アミド化反応が生じてポリエステルとポリアミドのプロ ックポリマーが生じるおそれもあるため、特公昭37-14646に開示されている末端アミノ基が実質的に存 在していない改良ポリアミドを用いることがより好まし い。上記改良ポリアミドとは、上記ポリアミドの末端の アミノ基を、下記の3種類の置換基のいずれかによって 置換し、アミド反応に対し不活性としたものである。

[0014] 【化2】

$$-\frac{1}{C}-CO$$
 $N-$, CO $N-$, RCONH-

ここで、Rは水素原子または炭素数1~30の脂肪族、脂環族、 - SO』M(Mはアルカリ金属原子)、 あるいは - CH₂-(OCH₂-CH)--OR₂ (R₁は水素原 子またはメチル基、R。は炭素数1~30の脂肪族、脂環族の 残基、nは1~500の整数)を表す。

【0015】ただし、上記改良ポリアミドを用いる代わ りに、通常のポリアミドを用い、これの末端アミノ基を 上記のように置換しうる反応剤 (不活性化剤) を併用 し、混合溶融紡糸工程において、上記置換による不活性 化を達成するようにしてもよい。

【0016】本発明の混合紡糸繊維は、上記各原料を用 い、例えばつぎのようにして製造することができる。す 50 れぞれの下流側に脱気口3、4が設けられたものを用

なわち、まず、例えば図1に模式的に示すスクリューデ ザインのスクリュー10を備え二軸が同方向に回転する 二軸押出機、あるいは、例えば図2に模式的に示すニー ディングディスク11と上記スクリュー10とを組み合 わせ二軸が同方向に回転する二軸押出機において、上流 側と下流側の2個所に原料供給口1,2が設けられ、そ

得る方法である。

い、まず、上記上流側の原料供給口1に、残留触媒を含 んだポリエステルを、上記残留触媒を完全に不活性化し うる量の不活性化剤とともに供給する。一方、下流側の 原料供給口2に脂肪族ポリアミドを供給し、上記ポリエ ステルの残留触媒を不活性化しポリエステルがアミドー エステル交換反応に不活性となるよう変性しながら、ポ リエステルと脂肪族ポリアミドとを溶融混合する。この ようにして、上記上流側から供給したポリエステルを海 成分とし、下流側から供給した脂肪族ポリアミドを島成 分とする海島構造の溶融体組成物が得られる。

【0017】このとき、スクリューデザイン(あるいは ニーディングディスクデザイン)、パレル温度、スクリ ュー回転数等を適宜選択することにより、上記島成分と なる脂肪族ポリアミドが、体積2000~40000立 方ミクロンとなるよう設定することが必要である。 すな わち、島成分の体積が上記範囲外では、実用的な混合紡 糸繊維が得られないからである。

【0018】つぎに、上記海島構造の溶融体組成物を、 ノズルから紡出し、公知の方法で冷却固化し、必要に応 繊維を得ることができる。

【0019】このとき、ノズル径、溶融体組成物押し出 し速度等を調節することにより、上記島成分の断面積 が、0.2~0.8平方ミクロンとなるよう設定しなけ ればならない。すなわち、島成分の体積を上記のように 規定し、断面積をこのように規定することにより、得ら れる混合紡糸繊維から海成分を除去した島成分の極細繊 維が、繊度0.002~0.008デニール、繊維長1 0~50㎜程度となる(極細繊維の比重を1.111と して計算)。上記繊度および繊維長の極細繊維を、ポリ 30 エステルとポリアミドの混合紡糸繊維から製造すること は、従来、両者の間にプロックポリマーやランダム共重 合体が生成するためできなかったが、本発明では、上記 のように、ポリエステル中の残留触媒を、二軸押出機内 の上流側で、不活性化剤によって不活性化するため、下 流側で供給される脂肪族ポリアミドとポリエステルとが 混合溶融される段階では、上記ポリエステルが不活性に 変性しており、両者の間にプロックポリマーやランダム 共重合体が生成することがない。したがって、上記2成 た状態で分散させることができる。そして、このように して得られた混合紡糸繊維は、従来はポリエステルとポ リアミド間に生成するプロックポリマーやランダム共重 合体によって分離不可能であったポリエステルとポリア ミドとを、簡単に分離して一方の成分のみにすることが できる。すなわち、海成分または島成分であるポリエス テルを、アルカリ鹸化処理によって容易に除去すること ができるのであり、ポリアミドが海成分である場合に は、上記アルカリ鹸化処理によって、簡単に多孔質繊維

記アルカリ酸化処理によって、簡単に極細繊維を得るこ とができる。

【0020】なお、上記混合紡糸繊維は、木綿や羊毛の ような短繊維、絹のような長繊維、あるいはメルトプロ 一法によるスパンポンド(不織布)等、各種の形態の繊 維素材として用いることができる。そして、短機維から は、紡績、織編工程を経るか不織布とすることにより繊 維製品が得られ、長繊維からは加工糸としたのち織編工 程、後加工工程を得ることにより繊維製品が得られる。 10 なお、上記メルトプロー法は、例えば米国特許3,75 5,527や米国特許3,849,241に開示されて いるように、ポリマーの溶融体組成物から直接不織布を

【0021】また、上記製法では、二軸押出機の上流側 の原料供給口1にポリエステルを供給するようにした が、上流側の原料供給口1に脂肪族ポリアミドを、この ポリアミドの末端アミノ基を完全に置換しうる化学置換 剤とともに供給し、下流側の原料供給口2に、残留触媒 を含んだポリエステルを、上記残留触媒を完全に不活性 じて延伸熱処理を行うことにより、目的とする混合紡糸 20 化しうる量の不括性化剤とともに供給し、上記脂肪族ポ リアミドの末端アミノ基を置換しアミド化反応に不活性 化となるよう変性するとともに上記ポリエステルの残留 触媒を不活性化レポリエステルがアミドーエステル交換 反応に不活性となるよう変性しながら、ポリエステルと 脂肪族ポリアミドとを溶融混合し、上記ポリエステルが 体積2000~40000立方ミクロンの島成分を形成 するようにしてもよい。これにより、上記海島構造とは 2成分の海・島が入れ替わった構成の混合紡糸繊維を得 ることができる。

> 【0022】なお、上記脂肪族ポリアミドとしては、末 端アミノ基が何ら処理されていないものを、化学置換剤 とともに用いる以外に、前記のような、末端アミノ基が 置換されアミド反応に対し不活性化された改良型ポリア ミドを用いることができる。この場合には、上記化学置 換剤の併用が不要となる。

【0023】さらに、上記製法では二軸押出機を用いて いるが、一軸押出機を用いても差し支えはない。この場 合には、単一の原料供給口に、残留触媒を含んだポリエ ステルと、上記ポリエステルの残留触媒を不活性化しう 分を鮮明に、しかも島成分の体積を一定範囲内に保持し 40 る量の不活性化剤と、脂肪族ポリアミドと、上記脂肪族 ポリアミドの末端アミノ基を完全に置換して不活性化し うる量の化学置換剤とを供給し、上記ポリエステルの残 留触媒を不括性化しポリエステルがアミドーエステル交 換反応に不活性となるよう変性するとともに上記脂肪族 ポリアミドの末端アミノ基を置換しアミド化反応に不活 性化となるよう変性しながら、ポリエステルと脂肪族ポ リアミドとを溶融混合し、両者のいずれか一方が体積2 000~4000立方ミクロンの島成分を形成し、い ずれか他方が海成分を形成してなる海島構造の溶融体組 が得られ、逆にポリアミドが島成分である場合には、上 50 成物とすることができる。この方法によっても、上記と

同様、優れた混合紡糸繊維を得ることができる。 【0024】つぎに、実施例について比較例と併せて説 明する。

[0025]

【実施例1】テレフタル酸とエチレングリコールから二 酸化ゲルマニウムを触媒にして製造された、IV 0. 60カルポキシル基当量25eg/106g、DEG 1.80モル%のポリエチレンテレフタレート42g と、ε - カプロラクタムを溶融重合して製造された、<math>ηn=22000のポリカプロラクタム28gおよびトリ フェニルホスファイト0. 42gを、内容積50mlの バッチ式小型ニーダー(プラベンダー社製、プラストグ ラフ) に仕込み、温度270℃、回転数50rpmで上*

*記ポリエステルとポリアミドを溶融混合させ、溶融から 5分後、10分後、15分後の溶融混合試料を取り出 し、各試料におけるポリエステル含有率(重量%)を求 めた。なお、上記ポリエステル含有率は、凍結粉砕した 試料1gからポリエステルを、トリフロロ酢酸とメチレ ンクロライドを容積比1:10で混合した混合溶剤20 mlで加熱抽出して、その抽出量から計算した。また、 溶剤抽出後の試料の赤外線吸収を測定して、ポリエステ ルに帰属する波数1720cm⁻¹の有無を調べることに rel 3.50アミノ基当量45eq/10⁶g、M 10 より、各試料中にポリエステルとポリアミドのブロック ポリマーが生成していないか否かを調べた。これらの結 果を下記の表1に示す。

10

[0026] 【表1】

溶融混合の時間 (分)	5	10	1 5
ポリエステル含有率 (%)	6 0	60	60
抽出後の試料の波数1720 cm ⁻¹ での赤外線吸収の有無	無	無	無

【0027】上記の結果から、添加したポリエステルと 抽出されたポリエステルに差がないこと、抽出後の試料 において、ポリエステルの存在に示す赤外線吸収が認め られないことから、これらの溶融混合試料には、ポリエ ステルとポリアミドのプロックポリマーが含有されてい ないことがわかる。

[0028]

【比較例1】トリフェニルホスファイトを添加しなかっ※30

※た。それ以外は全て上記実施例1と同様にして、3種類 の溶融混合試料を得た。これらについて、上記と同様に して、ポリエステル含有率と、ポリエステルとポリアミ ドのプロックポリマーの有無を調べた。これらの結果を 下記の表2に示す。

[0029]

【表2】

溶融混合の時間 (分)	5	10	1 5
ポリエステル合有率 (%)	5 8	5 6	5 6
抽出後の試料の波数 1 7 2 0 c m ⁻¹ での赤外線吸収の有無	有	有	有

【0030】上記の結果から、抽出されたポリエステル 量が減っており、抽出後の試料において、ポリエステル 40 の存在に示す赤外線吸収が認められることから、これら の溶融混合試料には、ポリエステルとポリアミドのプロ ックポリマーが含有されていることがわかる。

[0031]

【実施例2】上記実施例1で用いたポリアミドの末端ア ミノ基当量(45eq/10°g)に対応する化学置換

剤として無水フタル酸 0. 186 gをポリアミドととも に添加した。それ以外は全て上記実施例1と同様にし て、3種類の溶融混合試料を得た。これらについて、上 記と同様にして、ポリエステル含有率と、ポリエステル とポリアミドのプロックポリマーの有無を調べた。これ らの結果を下配の表3に示す。

[0032]

【表3】

【0033】上記の結果から、添加したポリエステルと 抽出されたポリエステルに差がないこと、抽出後の試料 10 において、ポリエステルの存在に示す赤外線吸収が認め られないことから、これらの溶融混合試料には、ポリエ ステルとポリアミドのブロックポリマーが含有されてい ないことがわかる。

[0034]

【実施例3】L/D=30、直径30mmの、同方向回 転のスクリューと、第1の原料供給口、第1の脱気口、 第2の原料供給口、第2の脱気口のそれぞれの間にニー ディングディスクを須に配設した二軸押出機において、 スクリューの回転数150rpm、パレル温度270<math> 時に供給する以外は、全て上記実施例3と同様にして、 に設定した。この二軸押出機の上流側の原料供給口に、 実施例1で用いたポリエステル6kg/hと、ポリエス テルの残留触媒の不活性化に充分な添加剤(不活性化 剤) としてトリフェニルホスファイト60g/hを同時 に供給し、10Torrの脱気口を経由させ、下流側の 原料供給口に、実施例1で用いたポリアミド4kg/h を供給し、再び10Torrの脱気口を経由させた。そ して、ポリエステルとポリアミドの溶融体組成物10k g/hを形成させ、ついで24ホール×2のノズルを装 備したフィラメントの紡糸ヘッドに供給して、500d 30 /24 f の未延伸糸を1500m/分で巻き取った。こ の未延伸糸を、3. 33倍に延伸して150d/24f の混合紡糸繊維をつくり、混合紡糸繊維の筒編品をつく った。得られた製品について、上記と同様にしてポリエ ステル含有率と、ポリエステルとポリアミドのプロック ポリマーの有無を調べた結果、得られた製品にはポリエ ステルとポリアミドのプロックポリマーが含有されてい ないことがわかった。また、得られた極細繊維の断面稽 および繊維長を顕微鏡で観察しながら測定し、そのデー タにもとづき体積を算出した。その結果は、下記の表4 40 い極細繊維が得られることがわかる。 に示すとおりであった。さらに、得られた混合紡糸繊維 の筒編品を、温度60℃の苛性ソーダ水溶液で処理した ところ、溶剤抽出して得たポリアミドの極細繊維の筒編 品と変わらないことがわかった。

[0035]

【表4】

断面積(平方ミクロン)	0. 4~0. 5
繊維長 (mm)	10~25
体積 (立方ミクロン)	5000~10000

12

[0036]

【実施例4】実施例3において、ポリアミドの末端アミ ノ基(45eg/106g)の置換に充分な化学置換剤 として、無水フタル酸26.6g/hをポリアミドと同 目的とする混合紡糸繊維を得た。得られた混合紡糸繊維 は、上記と同様の測定により、ポリエステルとポリアミ ドのプロックポリマーを含有していないことがわかっ た。また、この混合紡糸繊維から得られた極細繊維の形 状は、上記と同様の測定により、下記の表5に示すとお りであった。

[0037]

【表5】

断面積(平方ミクロン)	0.6~0.7
繊維長 (mm)	14~33
体積 (立方ミクロン)	10000~20000

【0038】上記表4および表5の結果から、ポリアミ ドとともに化学置換剤である無水フタル酸を用いなくて も極細繊維を得ることができるが、ポリアミドとともに 無水フタル酸を併用した方が、より繊維長の長い好まし

[0039]

【実施例 5】実施例 3 の二軸押出機において、スクリュ 一回転数を50rpmに変えるとともに、ニーディング ディスクを小さくして低剪断型に変えた。それ以外は全 て上記実施例3と同様にして、目的とする混合紡糸繊維 を得た。得られた混合紡糸繊維は、上記と同様の測定に より、ポリエステルとポリアミドのブロックポリマーを 含有していないことがわかった。また、この混合紡糸繊 維から得られた極細繊維の形状は、上記と同様の測定に

[0040] 【表6】

断面積	(平方ミクロン)	0.6~0.7
繊維長	(mm)	21~43
体積	(立方ミクロン)	15000~30000

[0041]

【比較例2】トリフェニルホスファイトを添加しなかっ た。それ以外は全て上記実施例3と同様にして、目的と する混合紡糸繊維を得た。得られた混合紡糸繊維は、上 記と同様の測定により、ポリエステルとポリアミドのブ ロックポリマーを含有していることがわかった。また、 上記と同様にして、混合紡糸繊維から溶剤抽出とアルカ リ鹼化を行い、海成分であるポリエステルの除去を行っ たところ、部分的な除去にとどまって極細繊維を得るこ とができなかった。これは、混合紡糸繊維に含有される 上記プロックポリマーにより、ポリエステルとポリアミ 20 ドが相溶化しているためと考えられる。

[0042]

【実施例6】実施例3で用いた二軸押出機の上流側原料 供給口に、実施例1で用いたポリアミド4kg/hと、 このポリアミドの末端アミノ基の置換に充分な無水フタ ル酸26.6g/hを同時に供給し、下流側原料供給口 に、実施例1で用いたポリエステル6kg/hとトリフ ェニルホスフェート60g/hを同時に供給した。それ 以外は全て上記実施例3と同様にして、目的とする混合 の測定により、ポリエステルとポリアミドのプロックポ リマーを含有していないことがわかった。また、この混 合紡糸繊維から得られた極細繊維の形状は、上記と同様 の測定により、下配の表7に示すとおりであった。

[0043]

【表7】

断面積 (平方ミクロン)	0. 7~0. 8
機維長 (mm)	19~43
体積 (立方ミクロン)	15000~30000

[0044]

【実施例7】実施例1で用いたポリエステル7kg/ h、トリフェニルホスフェート70g/h、実施例1で 用いたポリアミド3kg/h、および無水フタル酸20 g/hを、直径30mm, L/D=30の一軸押出機に 供給し、パレル温度260℃, スクリュー回転数50r pmで、ポリエステルとポリアミドの溶融混合を行い、

両者の溶融体組成物を10kg/hで形成させた。この 組成物を、前記実施例1と全く同様にして混合紡糸繊維 を得た。得られた混合紡糸繊維は、上記と同様の測定に より、ポリエステルとポリアミドのプロックポリマーを 含有していないことがわかった。また、この混合紡糸繊 維から得られた極細繊維の形状は、上記と同様の測定に より、下配の表8に示すとおりであった。

[0045]

【表8】

10

断面積 (平方ミクロン)	0. 6~0. 7
繊維長 (mm)	21~42
体積 (立方ミクロン)	15000~25000

[0046]

【実施例8】カプロラクタム113g、一方の末端基が メチル化したポリエチレングリコールとモノクロル酢酸 を反応させた、分子量2000の、末端がメチル化とカ ルボキシメチル化したポリエチレングリコール20g、 および水40mlを溶融重合した、末端アミノ基がポリ エチレングリコールで変性されたポリカプロラクタム を、上記実施例7におけるポリアミドおよび無水フタル 酸に代えて用いた。それ以外は上記実施例7と全く同様 にして、混合紡糸繊維を得た。得られた混合紡糸繊維 は、上記と同様の測定により、ポリエステルとポリアミ ドのプロックポリマーを含有していないことがわかっ た。また、この混合紡糸繊維から得られた極細繊維の形 紡糸繊維を得た。得られた混合紡糸繊維は、上配と同様 30 状は、上配と同様の測定により、下記の表9に示すとお りであった。そして、この極細繊維は、分散染料に対す る染色性が良好であった。

[0047]

【表9】

断面稜(平方ミクロン)	0.5~0.6
繊維長 (mm)	25~30
体積 (立方ミクロン)	12500~18000

[0048]

【実施例9】カプロラクタム113g、ナトリウム、3 -カルボキシペンゼンスルホネート2.24g、および 水40m1を溶融重合した、末端アミノ基がナトリウ ム、3-カルボキシペンゼンスルホネートで変性された ポリカプロラクタムを、上記実施例7におけるポリアミ ドおよび無水フタル酸に代えて用いた。それ以外は上記 実施例7と全く同様にして、混合紡糸繊維を得た。得ら 50 れた混合紡糸繊維は、上記と同様の測定により、ポリエ

40

ステルとポリアミドのプロックポリマーを含有していないことがわかった。また、この混合紡糸繊維から得られた極細繊維の形状は、上記と同様の測定により、下記の表9に示すとおりであった。そして、この極細繊維は、カチオン染料に対する染色性が良好であった。

[0049]

【表10】

断面積 (平方ミクロン)	0. 5~0. 6
繊維長 (mm)	20~30
体積 (立方ミクロン)	10000~18000

[0050]

【発明の効果】以上のように、本発明によれば、ポリエステルと脂肪族ポリアミドを構成成分とする海島構造の混合紡糸繊維を簡単に得ることができる。そして、得られた混合紡糸繊維は、ポリエステルとポリアミド間にプロックポリマーやランダム共重合体が生成していないた 20 め、ポリエステルとポリアミドとを、簡単に分離して一

I

方の成分のみにすることができる。すなわち、海成分または島成分であるポリエステルを、アルカリ酸化処理によって容易に除去することができるのであり、ポリアミドが海成分である場合には、上記アルカリ酸化処理によって、簡単に極知繊維を得ることができる。このように、有機溶剤を使用することなく、アルカリ酸化処理によって簡単にポリエステル成分を除去できることから、極細繊維や多孔質繊維を得るに際し、多額の費用負担がなく、また、保安衛生上、環境対策上の負担もないという利点を有する。

【図面の簡単な説明】

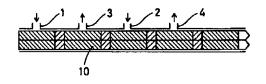
【図1】本発明の一実施例に用いる二軸押出機のスクリューデザインの模式的な説明図である。

【図2】同じく上記二軸押出機のニーディングディスク の模式的な説明図である。

【符号の説明】

1, 2 原料供給口

【図1】



【図2】

